



Importance et devenir des biopolymères (lignines et polysaccharides) dans les sols d'une chronoséquence de hêtraies (*Fagus Sylvatica*), en forêt de Fougères (France).

Michel Karroum, Bernard Guillet, Nathalie Lottier, Jean-Robert Disnar

► To cite this version:

Michel Karroum, Bernard Guillet, Nathalie Lottier, Jean-Robert Disnar. Importance et devenir des biopolymères (lignines et polysaccharides) dans les sols d'une chronoséquence de hêtraies (*Fagus Sylvatica*), en forêt de Fougères (France).. *Annals of Forest Science*, 2004, 61, pp.221-233. 10.1051/forest:2004015 . hal-00067780

HAL Id: hal-00067780

<https://hal-insu.archives-ouvertes.fr/hal-00067780>

Submitted on 9 May 2006

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Importance et devenir des biopolymères (lignines et polysaccharides) dans les sols d'une chronoséquence de hêtraies (*Fagus sylvatica*), en forêt de Fougères (France)

Michel KARROUM, Bernard GUILLET, Nathalie LOTTIER, Jean Robert DISNAR*

UMR 6113 du CNRS, Université d'Orléans, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, BP 6759, 45067 Orléans Cedex 02, France

(Reçu le 8 octobre 2002 ; accepté le 10 mars 2003)

Résumé – Des parcelles de la forêt de Fougères, constituant une chronoséquence de peuplements de hêtre de 10, 27, 87 et 145 ans, ont été sélectionnées pour étudier le statut et le devenir des lignines et des polysaccharides structuraux dans les sols. Les humus sont des mull acides dans le jeune fourré et des moders dans les deux plus vieilles hêtraies. Le gaulis de 27 ans offre une mosaïque d'humus de type mull et moder. Dans les couches holorganiques du mull on observe la disparition brusque de la lignine dont la concentration rapportée au carbone organique total décroît de 52 à 12 ‰ entre la litière OL et l'horizon organo-minéral A1 immédiatement sous-jacent. De même, les teneurs en polysaccharides rapportées au carbone organique total chutent de 236 à 105 ‰ entre OL et A1. Dans les vieilles futaies où l'humus est uniformément de type moder, les dégradations des lignines et des polysaccharides deviennent importantes dans les couches OF et OH, en même temps que se néoforme une phase de polysaccharides microbiens. L'altération de la lignine se manifeste par la diminution des rapports des composés de l'unité syringique sur ceux de l'unité vanillique (S/V) et l'augmentation du rapport de l'acide sur l'aldéhyde vanillique (aci/ald V). Le premier rapport met en évidence la perte sélective des groupements méthoxyles (-OCH₃), le second la dépolymérisation oxydative croissante des lignines. Le mécanisme de dégradation des polysaccharides structuraux (cellulose, hémicelluloses), qui s'accompagne d'une néosynthèse des polysaccharides microbiens, est révélé chimiquement par l'évolution du rapport du xylose sur le mannose. Ce dernier monomère est le traceur des néoformations microbiennes alors que le xylose reflète le devenir des hémicelluloses qui se dégradent. À partir de l'horizon organo-minéral A1, les différences d'évolution se révèlent moins accentuées entre le mull et le moder mais elles persistent néanmoins.

hêtraie de plaine / mull et moder / carbone organique / dégradation / néoformation

Abstract – Importance and fate of biopolymers (lignins and polysaccharides) in soils of *Fagus sylvatica* stands of various ages in Fougères forest (Britany - France). Four beech stands of various ages were selected in 1997 to study the evolution of lignins and structural polysaccharides (cellulose, hemicelluloses) in the soil cover. The 10-year-old station has a mull type humus. In the 27-year-old stand there is a mull-moder mosaic whereas in the 87 and 145-year-old stands humus is a moder. Twenty-one soil profiles were sampled by separating the different humus layers, i.e., OL and OF, present in mull and moder, the OH layer, present only in the moder. Organo-mineral A11 and A12 horizons were also sampled with some A13 horizons in the mull stations. Lignins are abruptly degraded in mull where they represent 52‰ of the total organic carbon (TOC) in OL and only 12‰ in A1 horizons. Similarly, polysaccharides undergo degradation from 236‰ (OL) to 105‰ (A1) of TOC. The fast decrease in the concentration of these components over a small depth interval is indicative of a strong biological activity. The lignin alteration is evidenced by the decrease of the ratio of syringic compounds over vanillic compounds that reveals methoxyl group losses and the increase of vanillic acid over vanillic aldehyde which indicates oxidative depolymerization of lignins. In old stands (87, 145-y.) where humus was of an uniform moder type, the decrease of the xylose/mannose ratio in the OF and OH layers reveals the production of microbial sugars at the expense of the phyto-inherited polysaccharides, like cellulose and hemicelluloses which decrease, whereas lignins are also strongly degraded. The decrease of the structural polysaccharides continues in the underlying A1 horizon, similar to the evolution observed in the transition from mull to moder although at a less degradation rate.

beech / mull and moder / organic carbon / degradation / neoformation

1. INTRODUCTION

La production de matière organique et la pérennité de la plupart des forêts reposent sur l'existence d'un cycle bio-géochimique qui optimise l'efficacité des éléments nutritifs mobilisés pour

produire la biomasse et qui améliore la disponibilité naturelle des éléments nutritifs du sol pour la végétation. Ce cycle est complexe et englobe non seulement les arbres mais aussi tous les organismes vivants présents dans l'écosystème. C'est pourquoi l'aménagement forestier que vise une gestion durable doit

* Auteur pour correspondance : Jean-Robert.Disnar@univ-orleans.fr

avoir pour but le maintien ou même l'augmentation de la capacité productrice de la forêt en évitant un excessif appauvrissement de la couverture pédologique [32].

Les propriétés d'un sol forestier sont étroitement liées à la composition chimique de l'humus, notamment au rapport C/N des constituants organiques qui vont des résidus peu transformés, végétaux ou microbiens, jusqu'aux substances humiques néoformées dans le sol. Les processus qui mènent à l'humification reposent sur une transformation des constituants initiaux de la matière organique phytohéritée ou microbienne comprenant principalement les lignines, les polysaccharides (pectines, hémicelluloses et cellulose) et les polypeptides. On sait que les composés phénoliques constituant les lignines sont partiellement oxydés et dégradés alors que leurs fragments servent à l'élaboration des macromolécules humiques [33]. Par ailleurs les polysaccharides, source de carbone et d'énergie pour la biomasse microbienne, subissent des transformations plus ou moins rapides et complètes selon la stabilité des associations formées avec d'autres composés tels que les polyphénols, les oligopeptides et même les acides aminés.

C'est dans le but de comprendre et de modéliser le développement et le fonctionnement d'une hêtraie de plaine qu'un site atelier localisé en Forêt de Fougères (Ille-et-Vilaine, France), géré par l'Institut National de la Recherche Agronomique de Nancy, a réuni des équipes scientifiques travaillant sur les diverses thématiques floristiques, méso-et micro-biologiques, géochimiques organiques et minérales. Pour cette recherche, des peuplements de la Forêt de Fougères ont été sélectionnés. Il s'agit de parcelles forestières d'âge différent, relativement homogènes au plan floristique et placées sous conditions stationnelles pédologiques quasi identiques. Elles définissaient une chronoséquence de peuplements de hêtre de 10, 27, 87 et 145 ans en 1997.

Les sols des jeunes parcelles de 10 et 27 ans sont caractérisés par un humus de type mull qui possède une grande activité biologique, en particulier due aux vers de terre. Avant l'âge de 27 ans s'est établie une mosaïque mull-modér qui témoigne d'un changement perceptible dans les activités de la mésofaune. Par contraste, les parcelles âgées de 87 et 145 ans sont caractérisées par un humus presque uniforme de type modér ou dysmodér où semble se manifester une toute autre activité biologique, principalement celle des enchytréides. En conséquence comme le précisent Jabiol et al. [19] les caractéristiques morphologiques des humus forestiers deviennent des indicateurs du rôle joué par les décomposeurs dans la dégradation des restitutions végétales.

L'évolution au cours de la chronoséquence d'un humus de type mull vers un modér et dysmodér révèle, à un stade donné du développement, une instabilité des biocénoses principales des écosystèmes que forment les compartiments producteurs et décomposeurs. Cette instabilité spatio-temporelle existe fondamentalement dans les unités écologiques forestières les plus naturelles, i.e. les moins influencées par les traitements sylvicoles comme en témoignent les recherches sur les pessières alpines [2] et sur les peuplements de hêtre du Bassin Parisien [31]. L'activité des décomposeurs et notamment celle plus discrète mais très efficace de la microflore contrôlent le transit progressif des matériaux des litières vers la matière organique de l'horizon A1. Cette transition est spatialement plus graduelle

dans les humus de type modér que dans les mull si bien que l'humus présente des caractéristiques morphologiques différentes qui reflètent la diversité et l'intensité des activités biologiques. Dans les stations à modér les couches holorganiques OL, OF, OH s'organisent au dessus des horizons organo-minéraux A11 et A12 alors que dans les stations à mull le contact est brutal entre les litières (couche OL et parfois OF) et les horizons organo-minéraux. Ces horizons sont le siège des dégradations des constituants végétaux et des néosynthèses organiques diverses, étudiées désormais à l'aide de techniques chimiques et spectroscopiques variées [23, 37].

La présente étude s'inscrit dans une démarche visant à préciser les voies de la transformation des lignines et des polysaccharides, biopolymères majeurs transmis avec les restitutions végétales au sol où ils se transforment et se dégradent selon des vitesses différentes comme tend à le suggérer la diversité des humus. Les monomères phénoliques issus de l'hydrolyse alcaline des lignines ont été dosés par électrophorèse capillaire [26]. L'inventaire et la quantification, par chromatographie gazeuse, des polysaccharides s'appuie sur une technique d'hydrolyse acide en deux temps, comparable à celle préconisée récemment par Martens et Loeffelmann [27] et permettant de distinguer les entités structurales, cellulose et hémicelluloses, qui sont détruites, des exo-polysaccharides microbiens qui sont produits par la microflore.

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1. Sites d'étude

Située en Bretagne, la Forêt de Fougères a une superficie totale de 1660 ha et son altitude est comprise entre 115 et 191 m. Le climat y est de type océanique, caractérisé par une pluviométrie de l'ordre de 900 mm, bien répartie tout au long de l'année et une température annuelle moyenne de 10,3 °C, comprise entre 3,9 °C pour le mois le plus froid et 17,3 °C pour le mois le plus chaud.

Les quatre parcelles forestières d'âge différent sélectionnées pour l'étude présentent une physionomie et des associations floristiques décrites en détail ailleurs [18] et plus sommairement sur le tableau I. En outre on connaît bien le flux annuel de leurs restitutions biologiques [25].

La parcelle de 10 ans (Fougères 1 ou FOU 1) est hétérogène au plan floristique en raison des cloisonnements sylvicoles actuellement enherbés alternant avec les bandes de fourrés à haute densité de tiges de hêtre mélangé de chêne. L'échantillonnage des sols de 6 placettes s'est effectué au contact de ces deux unités floristiques. Comme l'indique le tableau I, le recouvrement par les graminées est presque total avec généralement la présence de fougère aigle (*Pteridium aquilinum*) et/ou de ronce (*Rubus* sp.). La parcelle de 27 ans (Fougères 2 ou FOU 2) est un gaulis de hêtre assez dense (5615 tiges par hectare) parfois associé au chêne. Le sous bois est très pauvre en espèces et la strate herbacée est très peu diversifiée et peu dense (présence de fougère aigle). La parcelle de 87 ans (Fougères 3 ou FOU 3) ne présente qu'une faible végétation herbacée caractérisée par la présence discontinue du lierre (*Hedera helix*). Dans la parcelle de 145 ans (Fougères 4 ou FOU 4) l'hétérogénéité floristique est marquée et reflète une variabilité spatiale des fonctionnements. Le lierre est présent dans presque toutes les placettes mais aussi l'oxalis petite-oseille (*Oxalis acetosella*) dans la placette E, alors que la canche (*Deschampsia flexuosa*) est exclusive en D, et le sol sans végétation herbacée en C (Tab. I).

Tableau I. Données dendrométriques et restitutions annuelles sur les parcelles. Variabilité floristique des placettes : (+) = présence; de 1 à 5 = taux de recouvrement croissant de la flore herbacée dominante (adapté de [18] et de [25]).

	FOU 1 : 10 ans	FOU 2 : 27 ans	FOU 3 : 87 ans	FOU 4 : 145 ans
Référence	48° 23' 07'' N 01° 10' 50'' W	48° 23' 04'' N 01° 10' 57'' W	48° 23' 40'' N 01° 09' 02'' W	48° 23' 56'' N 01° 09' 09'' W
Nombre de tiges (ha ⁻¹)	31026	5615	435	215
Biomasse végétale (kg·ha ⁻¹)	102606	33880	176375	237810
Restitution végétale (kg·ha ⁻¹ ·an ⁻¹)	1866	3761	3886	4675
Strate herbacée				
Placette A	Graminée (5) et fougère (+)	Fougère (+) et lierre (+)	Fougère (1), lierre (+), carex (+) et canche (+)	Lierre (2)
Placette B	Graminée (5), ronce (+) et mousse (+)	Fougère (1) et lierre (1)	Lierre (3) et polytrich (1)	Nu à lierre (3)
Placette C	Graminée (5), ronce (+) et mousse (+)	Fougère (+) et lierre (1)	Lierre (2)	Nu à lierre (1)
Placette D	Graminée (5), fougère (+) et ronce (+)	Fougère (+) et lierre (+)	Lierre (2) et chêne (2)	Canche (5)
Placette E	Fougère (5)	Fougère (1) et lierre (1)	Lierre (1), et polytrich (+)	Lierre (5) et oxalis (1)
Placette F	Graminée, ronce, chèvrefeuille, genêt et mousse			

2.2. Sol

Le sol est de type brun faiblement lessivé, classé parmi les luvisols selon la nomenclature World Reference Base. Ce sont des sols profonds formés d'un matériel de texture limono-argileuse qui repose sur un limon épais mélangé de produits d'altération de granite et de schiste. Dans chacune des parcelles, deux monolithes d'échantillons de sols ont été prélevés à partir des plans verticaux des coupes de tranchées peu profondes creusées dans les cinq placettes de chaque parcelle. Le volume échantillonné correspond à une surface de 20 × 20 cm et une épaisseur de 15 cm environ.

Quelques jours après le prélèvement, un des monolithes a été débité, au laboratoire, en horizons superposés comportant les couches holorganiques (OL, OF, OH) reposant sur un horizon A1 fractionné en sous horizons A11, A12 et parfois A13. Au cours de cette opération, des échantillons de quelques centimètres cubes ont été détachés de chaque horizon et une forme géométrique parallélépipédique leur a été donnée pour en évaluer le volume et en connaître la masse volumique à sec. Les échantillons destinés aux analyses pédologiques et à celles des biopolymères ont été séchés à l'air et conditionnés par tamisage à 1,6 mm et broyage plus ou moins fin, au mortier ou au broyeur à anneau, selon l'objectif analytique. L'autre monolithe a été utilisé pour la confection de lames minces de sol.

Le pH a été mesuré dans l'eau et dans KCl (M), en adoptant un rapport sol/solution de 1/10 pour les horizons OL et OF et de 1/5 pour les horizons OH et A1. Les cations basiques (CB) échangeables (Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺, Na⁺) et Al³⁺ ont été extraits par une solution 0,5 M de NH₄Cl et dosés par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif par un appareil Jobin-Yvon, type Ultima. Le carbone organique a été dosé par pyrolyse Rock-Eval® (Vinci Technologies) sur une prise d'essai correspondant à moins de 100 mg d'échantillon finement broyé [7] et les teneurs en azote organique ont été déterminées par combustion avec un appareil Leco type CNS 2000.

2.3. Analyses de la lignine et des polysaccharides

L'analyse de la lignine a été réalisée par hydrolyse alcaline en présence de CuO, selon le protocole de Hedges et Ertel [16]. Les monomères ont été quantifiés à l'aide d'une électrophorèse capillaire [26]. En bref, 50 mg à 1 g de sol sont introduits dans un mini-autoclave en présence de CuO et de sel de Mohr. Après ajout sous azote de 7,5 mL de NaOH 10 %, l'hydrolyse oxydative a été effectuée en plaçant l'autoclave dans une bombe en acier déposée durant 4 h dans un four maintenu à 180 °C. Après refroidissement et ajout de standard interne (0,5 mL d'acide 2,4,5 triméthoxybenzoïque, 10⁻³ M), le contenu de l'autoclave est centrifugé à 4000 tours par minute et le surnageant est acidifié par HCl 6 N jusqu'à atteindre pH = 2. Des composés de type humique précipitent et sont écartés par centrifugation. Les composés phénoliques sont extraits du surnageant par de l'éthyl-éther. Le solide résiduel sec obtenu après évaporation de l'éther, est redissous dans 5 mL de méthanol. C'est cette solution méthanolique, filtrée à 0,22 µm et qui est conservée sous N₂ à l'obscurité qui contient les composés phénoliques dont le dosage a été effectué par électrophorèse capillaire de zone. Cette analyse a été réalisée avec un système P/ACE 5510 de Beckman, utilisant un logiciel Gold et équipé d'un capillaire de silice fondue (57 cm × 75 µm). La quantification se fonde sur le rapport des surfaces des pics des monomères phénoliques et du standard interne.

Lignine SVC et lignine totale : l'hydrolyse alcaline oxydative de la lignine libère une série de composés phénoliques comprenant les acides, aldéhydes et cétones dont les caractéristiques les rattachent au type vanillique (V), syringique (S), ou *p*-hydroxybenzoïque (H) qui dérivent respectivement des structures coniféryliques, sinapyliques et *p*-coumaryliques constituant la lignine. L'acide *p*-coumarique et l'acide férulique qui existent aussi dans la structure de la lignine constituent l'unité cinnamique (C). On distingue la lignine SVC formée des composés phénoliques des unités S, V et C et excluant les composés *p*-hydroxybenzoïque (H) qui peuvent provenir de biomolécules autres que la lignine [17], mais que l'on ajoute à la lignine SVC pour constituer la lignine totale.

Tableau II. Rapports stœchiométriques (Ri) entre les monosaccharides (Ms) et le xylose (Xyl) d'un échantillon de feuilles mortes de hêtre supposées exemptes de polysaccharides microbiens et n'ayant subi qu'une hydrolyse sulfurique douce (H_2SO_4 , 2,4 N). Exemple avec la couche OL de FOU 3 de la construction d'une phase d'hémicelluloses et de sucres microbiens.

	Ara.	Fuc.	Man.	Rib.	Rha.	Xyl.	Gal.	Glu.	Total
Teneur ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	15,0	4,9	8,0	1,2	6,2	51,5	24,5	23,5	134,8
Composition (%)	11,1	3,6	5,9	0,9	4,6	38,2	18,2	17,4	100,0
$R_i = \text{Ms}/\text{Xyl}$	0,29	0,10	0,16	0,02	0,12	1,00	0,48	0,46	
FOU 3, OL ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	13,0	3,7	11,4	0,7	7,5	27,1	19,3	27,2	109,9
Hémicelluloses ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	7,9	2,6	4,2	0,6	3,3	27,1	12,9	12,4	70,9
Sucres microbiens ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	5,1	1,1	7,2	0,1	4,2	0,0	6,4	14,8	39,0

Ara. = arabinose; Fuc. = fucose; Man. = mannose; Rib. = ribose; Rha. = rhamnose; Xyl. = xylose; Gal. = galactose; Glu. = glucose.

L'analyse des polysaccharides a été réalisée selon la méthode décrite par Bourdon et al. [4] mais en substituant H_2SO_4 à HCL. Afin de minimiser la dégradation des monosaccharides fragiles l'analyse des polysaccharides a été faite par hydrolyse acide douce (H_2SO_4 2,4 N) suivie par une hydrolyse forte (H_2SO_4 , 24 N).

Pour la première phase d'hydrolyse, 20 mg de matière sont déposés dans des tubes de verre étanches en présence de 5 mL de solution d'acide 2,4 N. Ces tubes sont alors placés dans une étuve à 100 °C durant 3 h. Après refroidissement et ajout de standard interne (déoxyglucose), le contenu du tube est filtré sur filtre en fibre de verre. Après rinçage, ce filtre sera réemployé pour l'hydrolyse sulfurique forte des résidus. Après neutralisation du filtrat par CaCO_3 et centrifugation du précipité de CaSO_4 , le surnageant, récupéré dans un ballon est évaporé jusqu'à ce qu'il ne reste plus que quelques gouttes de liquide. Par deux fois les ballons sont lavés par 10 mL de méthanol, et la suspension méthanolique est centrifugée. L'extrait méthanolique contenant les sucres est alors reversé dans un ballon et le solvant est évaporé au Rota-vapor®. Les sucres déposés sur la paroi du ballon sont redissous dans 1 mL de mélange LiClO_4 /pyridine 1:100 w/v et laissés pendant 16 h à 60 °C pour équilibrer les différentes formes anomères de sucres. Ensuite, les sucres sont silylés avec 0,5 mL de TriSil® Sigma, à 60 °C, pendant 1 h. Les monosaccharides neutres sont alors analysés par chromatographie en phase gazeuse (cf. infra).

Pour l'hydrolyse forte le résidu de la première attaque est introduit, avec le filtre en fibre de verre encore humide, dans un tube de verre étanche, en présence d'un mL d'acide sulfurique 24 N. Après 16 h de macération à température ambiante, la solution est diluée avec 9 mL d'eau distillée pour obtenir une solution à 2,4 N. On procède alors comme durant l'étape précédente.

Le dosage des monosaccharides est effectué par chromatographie en phase gazeuse (CPG) avec un Auto System XL (Perkin-Elmer) équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (« FID ») et d'une colonne capillaire CP-Sil 5CB (diamètre interne : 0,32 ; 25 m de long ; épaisseur du film : 0,25 μm). Après injection fuite fermée, à 240 °C, l'analyse a été réalisée dans les conditions suivantes : maintien de la température du four à 60 °C durant 1 min, puis montée à 120 °C à 30 °C·min⁻¹, puis jusqu'à 240 °C à 3 °C·min⁻¹ et maintien à cette dernière température jusqu'à élution de la totalité des produits. L'hélium est utilisé comme gaz vecteur. L'identification des produits par leur temps de rétention et leur quantification – via la détermination de leurs coefficients de réponse individuels – se fonde sur l'analyse d'un mélange des divers composés étudiés (standard externe), ainsi que sur le standard interne. Les huit monosaccharides neutres suivants ont ainsi été analysés. Le glucose, le galactose, le mannose, le rhamnose et le fucose sont des hexoses et le ribose, le xylose et l'arabinose sont des pentoses.

Les analyses de la lignine et des sucres ont été faites en double et parfois en triple lorsque l'écart à la moyenne s'était avéré supérieur à 10 % pour la lignine totale et 5 % pour les sucres totaux.

Évaluation des phases hémicellulosiques, celluloses et des sucres microbiens : l'extraction séquentielle nous a permis d'évaluer deux grandes catégories de polysaccharides qui sont (1) les polysaccharides les plus labiles dits hémicellulosiques comportant les héli-

celluloses *sensu stricto* et les pectines ainsi que les sucres microbiens, tous extraits lors de l'hydrolyse douce et (2) la cellulose assimilée à la somme des monosaccharides libérés lors de l'hydrolyse forte subséquente. On a tenté de différencier les sucres des hémicelluloses et pectines des sucres microbiens en admettant deux postulats. Premièrement, le xylose est le marqueur des hémicelluloses, car ce monomère, réputé phytohérité, est très peu produit par les microorganismes du sol [6]. Deuxièmement, en chaque horizon, les hémicelluloses sont supposées conserver les mêmes rapports stœchiométriques pondéraux entre les monomères entrant dans leur composition et le xylose qui joue le rôle d'un standard interne.

Ces rapports (Ri du Tab. II) sont initialement établis avec un échantillon de feuilles mortes de hêtre cueillies sur l'arbre et considéré comme échantillon de référence. Le tableau II présente l'analyse de cet échantillon de référence et les rapports utilisés pour quantifier la phase des hémicelluloses, incluant les pectines, et celle des polysaccharides microbiens dans un échantillon quelconque. Le principe de la reconstitution de ces phases, présenté par ailleurs [13, 20] est le suivant. Lors de l'hydrolyse douce d'un échantillon de sol, Xx est la teneur en xylose et X1, X2, etc., la teneur de chacun des sept autres monomères analysés. La teneur d'un monomère allouée à la construction de la phase des hémicelluloses sera : $x1 = Xx \times Ri$. Ri est le rapport stœchiométrique pondéral de ce monomère (Tab. II). La différence $X1 - x1$ est affectée à la phase des polysaccharides microbiens. La phase des hémicelluloses de l'échantillon sera la somme des x1 des sept monomères à laquelle s'ajoute le xylose. La somme des différences $X1 - x1$ donne la phase microbienne exempte, par construction, de xylose. Le tableau II présente, en exemple, la solution obtenue pour la couche OL de FOU 3.

2.4. Analyse statistique des données

La moyenne et l'écart-type d'une série de données ont été calculés ainsi que le coefficient de variation (CV) qui est le rapport de l'écart-type sur la moyenne, exprimé en pourcent. Les séries de données sont constituées des cinq valeurs (six en FOU 1) des couches analogues des cinq (ou six) placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence. L'analyse des variances a été faite à l'aide d'un logiciel Statview II. Les moyennes ont été comparées deux à deux par le test-*t* unilatéral sur séries indépendantes. Les moyennes jugées non significativement différentes l'une de l'autre sont celles dont les valeurs de *P* sont inférieures à 0,05 choisie comme valeur du seuil de signification.

3. RESULTATS

3.1. Caractères généraux des sols

3.1.1. Le pH

Les sols sont acides (Tab. III). Les valeurs du pH_{H₂O} se situent entre 4,07 et 4,65 dans la couche OL, puis décroissent

Tableau III. Valeur moyenne et écart-type du pH_{H₂O} et pH_{KCl}, ($\Delta\text{pH} = \text{pH}_{\text{H}_2\text{O}} - \text{pH}_{\text{KCl}}$) et des éléments échangeables dans les horizons OH et A1. SCB est la somme des cations basiques. Ac. éch. est l'acidité d'échange ($= \text{Al}^{3+} + \text{H}^+$). T = SCB + Ac. éch. (nombre d'échantillons = 5).

		pH _{H₂O}	pH _{KCl}	ΔpH	SCB	Ac. éch.	(SCB/T)
					cmol(+)-kg ⁻¹ de sol		%
Fougères 1	OL	4,65 ± 0,16	4,16 ± 0,17	0,5			
	A1	4,21 ± 0,23	3,54 ± 0,14	0,7	5,0 ± 1,8	4,5 ± 0,2	52,4
Fougères 2	OL	4,20 ± 0,21	3,56 ± 0,16	0,6			
	OF	3,74 ± 0,01	2,95 ± 0,08	0,8			
	OH	3,61 ± 0,05	2,88 ± 0,11	0,7	13,9 ± 1,2	7,3 ± 0,6	65,4
	A1	3,85 ± 0,08	3,19 ± 0,15	0,7	2,7 ± 0,9	8,5 ± 1,4	24,0
Fougères 3	OL	4,07 ± 0,15	3,55 ± 0,23	0,5			
	OF	3,65 ± 0,12	2,92 ± 0,13	0,7			
	OH	3,60 ± 0,16	2,93 ± 0,16	0,7	14,5 ± 2,2	8,8 ± 0,5	62,4
	A1	3,92 ± 0,15	3,37 ± 0,17	0,6	1,9 ± 1,0	7,3 ± 1,8	20,4
Fougères 4	OL	4,12 ± 0,26	3,54 ± 0,19	0,6			
	OF	3,76 ± 0,16	3,01 ± 0,14	0,7			
	OH	3,60 ± 0,11	2,97 ± 0,18	0,6	15,9 ± 1,7	8,9 ± 0,8	64,2
	A1	3,82 ± 0,08	3,31 ± 0,09	0,5	2,4 ± 1,1	8,7 ± 0,8	21,6

dans les couches sous-jacentes OF et OH où le pH atteint une valeur de 3,6 puis remonte vers 4,0 dans l'horizon A1 qui est un échantillon composite constitué à part égale de matériaux collectés dans les sous-horizons A11 et A12. Les pH_{KCl} varient autour des valeurs moyennes de 3,6; 3,0; 2,9 et 3,4 dans les couches OL, OF, OH et A1 respectivement. Comparées aux valeurs du pH_{H₂O} elles sont inférieures de 0,5 à 0,8 unité pH. On reconnaît habituellement par cette différence la potentialité d'acidification de la matière organique [3]. La couche la plus acide est la couche OH. Ce n'est pourtant pas elle qui est la plus riche en carbone organique. Mais elle comporte des composés humifiés, mieux dotés en groupements fonctionnels, notamment carboxyliques [1], que les composés organiques des couches OL et OF directement biohérités.

La comparaison des pH entre chaque parcelle différencie la parcelle jeune (FOU 1) des autres. Autant en OL qu'en A1, l'acidité s'y révèle moins importante que dans les horizons homologues des parcelles plus âgées. La raison en est la plus grande efficacité du cycle biogéochimique dans le sol jeune, ce qui se matérialise par la présence du mull. Les parcelles âgées dont l'humus est de type moder présentent peu de variation du pH des horizons lorsqu'on les compare entre eux. Cette différence entre mull et moder s'explique par la combinaison de deux processus importants : la vitesse de minéralisation des matières organiques apportées au sol et le recyclage biologique des cations. La matière organique du mull se minéralise rapidement et les cations sont très vite recyclés dans la biomasse vivante, notamment dans la strate herbacée.

3.1.2. Les cations échangeables

Les teneurs en cations échangeables ont été déterminées dans la couche OH et l'horizon A1 (Tab. III). Les couches OH des moders présentent une plus grande abondance en cations

basiques (Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+) que les horizons A1. En OH le taux de saturation (SCB/T) en cations basiques est constant (entre 62 et 65 %) quelque soit l'âge du peuplement. Ce taux élevé et l'importance du calcium, qui justifie à lui seul plus de la moitié des cations basiques [20], font de la couche OH le lieu préférentiel de l'absorption des éléments par les racines. L'aluminium et les protons échangeables forment l'acidité d'échange (Ac. éch.). Les protons sont dominants dans les couches OH alors que dans les horizons organo-minéraux (A1) Al^{3+} prédomine [20].

Dans les horizons A1, le taux de saturation en cations basiques est très supérieur dans le mull de la jeune parcelle (FOU 1). On peut supposer qu'il bénéficie de solutions riches en Ca, Mg et K provenant de la décomposition des litières OL et OF à l'origine de leur mobilisation. Dans les moders, c'est la couche OH qui adsorbe le flux de cations basiques mobilisés. Cela explique les faibles taux de cations basiques dans les horizons A1 sous-jacents (SCB/T est compris entre 20 et 24 %, cf. Tab. III).

3.1.3. Le C/N

Le C/N décroît depuis la couche OL jusqu'à l'horizon organo-minéral A1 (Tab. IV). Dans le fourré de Fougères 1 où la strate herbacée est diversifiée, le C/N présente une très forte variabilité. La présence de fougère aigle ou bien de ronce oriente le C/N vers des valeurs basses ou élevées. Le gaulis de Fougères 2 montre des valeurs proches de 19,5 en OL et OF. Ces valeurs basses reflètent la très faible diversité de la strate herbacée et, par déduction l'impact prépondérant des retombées foliaires. Les valeurs du C/N dans les futaies de Fougères 3 et 4 sont comparables et varient faiblement de 21,8 et 20,3 en OL et OF respectivement. Ces valeurs légèrement plus élevées que dans le gaulis de Fougères 2 révèlent l'importance des faines et des porte-faines de hêtre. Les C/N des horizons OH typiques

Tableau IV. Valeur moyenne et écart-type du C/N de différents horizons des cinq placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence.

Horizon	C/N			
	Fougères 1	Fougères 2	Fougères 3	Fougères 4
OL	21,4 ± 6,7	19,8 ± 1,5	21,9 ± 1,6	21,7 ± 1,5
OF	n.a.	19,3 ± 1,2	20,6 ± 1,5	20,1 ± 1,7
OH	absent	18,4 ± 0,9	18,5 ± 0,9	18,0 ± 1,0
A1	15,8 ± 1,0	17,5 ± 1,5	19,5 ± 1,3	18,4 ± 1,2

n.a. = non analysé.

des moders sont comparables et voisins de 18,3. Cette valeur est une caractéristique des humus de type moders des hêtraies de plaine [18].

Le C/N est contrasté dans les horizons A1. Les plus basses valeurs ont été trouvées dans les mull des placettes du fourré. Le C/N moyen y est de 15,8 et la dispersion des données est faible. Les plus hautes valeurs sont observées dans les horizons A1 situés sous les OH des moders des futaies.

3.2. Variabilité spatiale des constituants organiques

3.2.1. Le carbone organique total

Les couches OL : la variabilité en FOU 3 et 4 est très faible, le coefficient de variation (CV) étant de 2 %, car les teneurs sont très peu dispersées autour des moyennes respectives de 420 et 413 mgC·g⁻¹ de sol, statistiquement non différentes (Fig. 1). En revanche, ces couches présentent des teneurs légèrement dispersées en FOU 2 (CV = 6 %) et plus encore en FOU 1 (CV = 25 %) dont les teneurs moyennes sont respectivement de 365 et 290 mgC·g⁻¹ de sol. Dans les mull de FOU 1 et FOU 2 la variabilité trouve son origine dans une dilution du carbone organique légèrement plus forte en FOU 1, créée par une composante minérale remontée dans la couche superficielle OL par les vers de terre. Les teneurs moyennes sont significativement différentes ($P < 0,05$) entre les parcelles à moder (FOU 3 et 4) et les autres (Fig. 1).

Les couches OF : elles sont presque inexistantes en FOU 1 et FOU 2. Pour FOU 3 et 4, les teneurs moyennes sont voisines, statistiquement non différentes et atteignent des valeurs respectives de 397 et 387 mgC·g⁻¹ de sol. Les coefficients de variations sont faibles (max. 12 % en FOU 4), indiquant que les critères de l'échantillonnage de cette couche sont fiables.

Les couches OH : les teneurs moyennes sont voisines, soit 250, 291 et 240 mgC·g⁻¹ de sol, en FOU 2, 3 et 4 respectivement et elles sont statistiquement non différentes dans ces placettes qui offrent un coefficient de variabilité proche de 22 à 29 %. Ces caractéristiques tiennent compte d'une contribution minérale qui varie peu d'une placette à une autre. Soulignons qu'en FOU 2, les humus de trois placettes (A, D et E) sur cinq comportent une couche OH.

Les horizons A11 : les teneurs moyennes en COT en FOU 3 et 4 sont voisines (80 et 73 mgC·g⁻¹ de sol respectivement) et les coefficients de variation sont légèrement différents (30 et 39 %). En FOU 1 et 2, les teneurs moyennes (108 et 112 mgC·g⁻¹ de sol respectivement) sont plus élevées et présentent la même

variabilité (CV = 33 %). Dans ces placettes à mull dominant, l'horizon A11 est le premier horizon minéral à intégrer les composés organiques humifiés, ce qui expliquerait les plus fortes teneurs en carbone.

Les horizons A12 : les teneurs moyennes sont assez voisines (max. en FOU 1 : 62 et min. en FOU 4 : 39 mgC·g⁻¹ de sol, passant par 55 et 43 en FOU2 et FOU 3 respectivement), en revanche, les coefficients de variation sont très contrastés : fort (61 %) en FOU 1, signe d'hétérogénéité et faible (10 %) en FOU 3, parcelle où la distribution verticale du carbone semble très régulière.

3.2.2. La lignine et les polysaccharides totaux

Comme le montre la figure 1, les horizons OL, A11 et A12 de la parcelle FOU 1 à mull révèlent une forte variabilité de la teneur en lignine totale et en polysaccharides totaux, somme des sucres hémicellulosiques et celluloses. On peut y voir l'effet d'une grande inconstance dans l'incorporation des matières organiques au contact de la phase minérale. Dans les horizons OL, OF et OH des humus de type moder, la variabilité des teneurs en lignine est tantôt faible (8 à 10 % en OL de FOU 4 et en OF de FOU 2) et tantôt relativement élevée (30 %) comme en OF de FOU 4 ou OH de FOU 3. La dispersion des teneurs qui justifie cette variabilité est probablement à mettre au compte de la distribution relative des tissus foliaires, peu riches en lignine, par rapport aux organes qui en sont mieux pourvus tels que les porte-fruits ou les fragments de bois.

Comme pour la lignine, la variabilité de la concentration en polysaccharides totaux semble plus élevée dans les parcelles à mull que dans celles à moder (Fig. 1). Cela peut s'expliquer par une différence dans la dynamique du transfert, par brassage biologique, de la matière organique depuis les couches holorganiques jusqu'aux horizons organo-minéraux. Dans les horizons des humus de type moder, la variabilité est plus faible que celle notée pour la lignine. Cette différence peut s'expliquer par la meilleure précision du dosage des sucres neutres ainsi que par la distribution régulière des sucres dans tous les micromilieus du sol alors que la lignine se concentre plutôt dans les fragments végétaux résiduels.

3.3. Modalités de l'altération de la lignine

Le tableau V révèle les teneurs en lignine SVC et en lignine totale exprimées en mg de carbone des phénols par gramme de carbone organique total (COT), ce qui permet de préciser la part du carbone du sol attribuable au carbone des phénols des lignines. La lignine SVC et la lignine totale évoluent parallèlement avec un écart entre les teneurs plus important dans les couches OL et OF des parcelles à moder que dans les horizons organo-minéraux. Ce décalage est à relier aux composés de l'unité *p*-hydroxybenzoïque qui sont plus abondants dans les couches holorganiques, notamment OL, que dans les horizons organo-minéraux.

En FOU 1 dans la couche OL, qui comporte des éléments de OF, le carbone des monomères phénoliques totaux représente près de 52 % du COT alors que dans l'horizon A11, immédiatement sous-jacent, la concentration n'est plus que de 12 %.

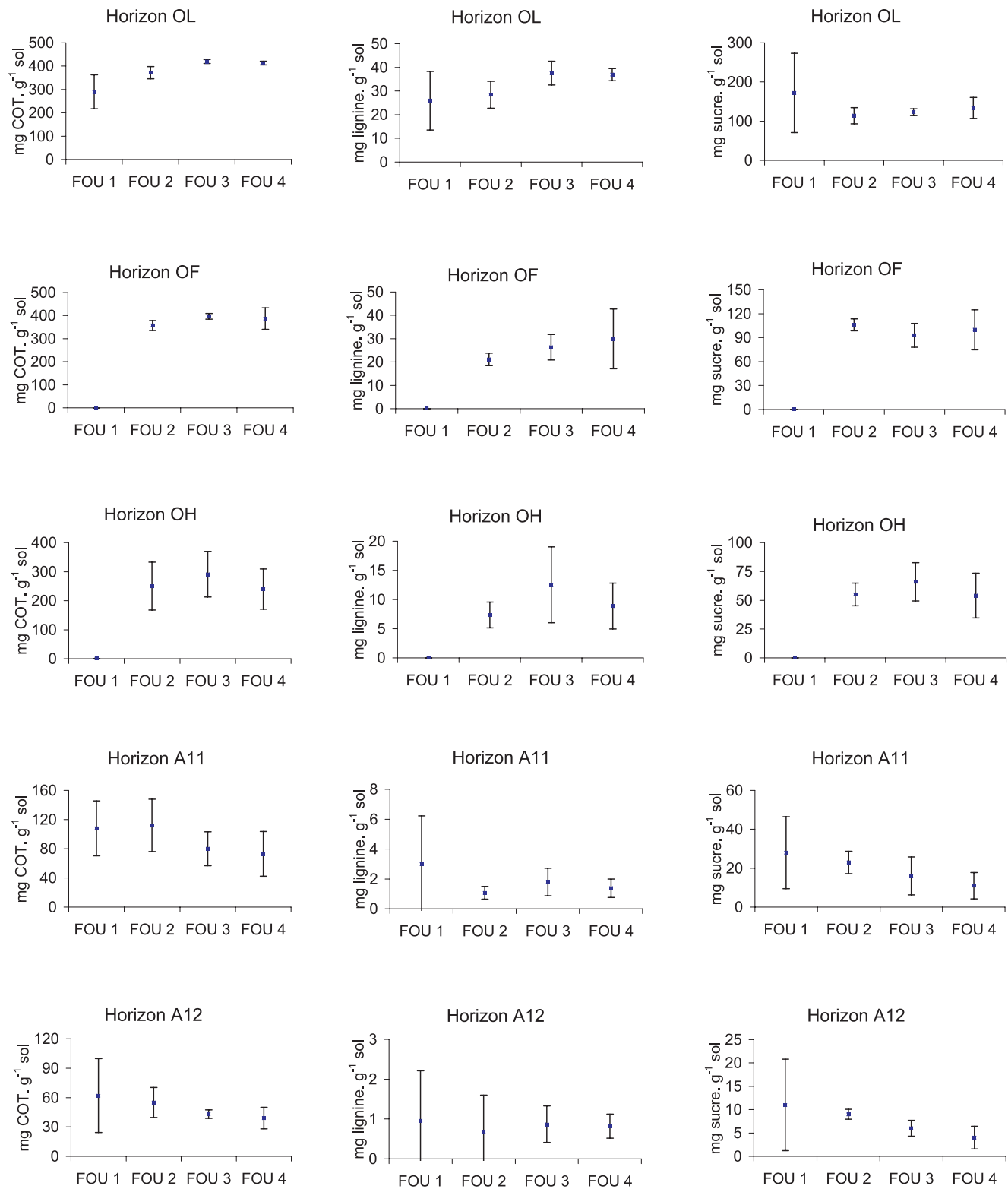


Figure 1. Variabilité de la teneur en carbone organique, en lignine totale et en polysaccharides totaux des horizons des sols des parcelles à mull (Fougères 1) et à moder (Fougères 2, 3 et 4).

Tableau V. Valeur moyenne et écart-type de la lignine SVC et de la lignine totale des différents horizons des cinq placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence.

Horizon	Fougères 1		Fougères 2		Fougères 3		Fougères 4	
	Lig. SVC	Lig. totale	Lig. SVC	Lig. totale	Lig. SVC	Lig. totale	Lig. SVC	Lig. totale
mgC·g ⁻¹ COT								
OL	46,8 ± 25	51,7 ± 26,7	35,3 ± 6,7	48,7 ± 8,2	41,8 ± 7,2	55,3 ± 7,8	42,7 ± 4,5	54,3 ± 4,2
OF	inclus en OL		inclus en OL		29,7 ± 5,8	41,2 ± 9,6	34,1 ± 11,9	43,8 ± 16,4
OH	absent		16,3 ± 3,5	19,8 ± 4,0	18,7 ± 3,8	25,0 ± 5,9	18,1 ± 2,8	23,0 ± 3,9
A11	9,7 ± 7,6	12,0 ± 8,9	4,4 ± 1,8	5,7 ± 2,5	9,9 ± 4,2	12,9 ± 5,3	9,4 ± 2,5	11,7 ± 3,3
A12	5,8 ± 4,5	7,3 ± 5,7	2,7 ± 1,9	3,3 ± 0,4	9,1 ± 4,2	11,8 ± 5,4	9,0 ± 0,3	11,8 ± 1,7
A13	4,8 ± 4,0	7,7 ± 5,2	1,9 ± 0,4	2,3 ± 0,4	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.

Inclus en OL = prélèvement inclus dans OL. n.d. = non déterminé. COT = carbone organique total.

Tableau VI. Valeurs moyenne et coefficient de variation (CV) des rapports de l'unité syringique sur l'unité vanillique (S/V), et de l'unité cinnamique sur vanillique (C/V) et des rapports de l'acide/l'aldéhyde syringique et de l'acide/l'aldéhyde vanillique, des différents horizons des cinq placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence.

	Horizon	S/V	CV (%)	C/V	CV (%)	aci/ald S	CV (%)	aci/ald V	CV (%)
Fougères 1	OL	0,76	67	0,24	163	0,59	59	0,68	63
	A11	0,39	21	0,22	91	0,77	26	1,26	33
	A12	0,29	17	0,18	100	0,71	25	1,38	30
	A13	0,22	9	0,24	108	0,62	48	1,16	36
Fougères 2	OL	0,97	9	0,09	11	0,54	24	0,72	26
	OF	0,54	11	0,08	13	0,57	33	0,72	19
	OH*	0,32	22	0,05	20	0,08	30	1,10	27
	A11	0,23	26	0,11	27	0,91	31	1,75	23
	A12	0,22	27	0,08	63	1,15	9	2,37	19
Fougères 3	A13	0,28	50	0,03	67	0,56	11	2,06	37
	OL	0,82	21	0,08	50	0,52	25	0,63	19
	OF	0,51	8	0,07	14	0,58	14	0,80	21
	OH	0,35	20	0,09	44	0,59	14	0,94	18
	A11	0,24	17	0,13	123	0,77	26	1,26	33
Fougères 4	A12	0,24	21	0,12	142	0,76	37	1,71	32
	OL	0,69	16	0,08	88	0,51	29	0,69	39
	OF	0,51	33	0,11	100	0,67	30	0,92	33
	OH	0,32	28	0,13	90	1,05	36	1,20	22
	A11	0,19	16	0,19	63	0,86	36	1,89	31
	A12	0,21	24	0,07	29	0,63	41	4,06	11

* Mesure effectuée sur les trois placettes qui possèdent un moder.

En FOU 3 et FOU 4, parcelles à moder, les concentrations dans OL et A11 ne diffèrent pas significativement de celles observées dans les sols à mull. Elles correspondent à environ 55 ‰ du COT en OL et 12 ‰ en A11. Ce sont les couches holorganiques intermédiaires OF et OH qui enregistrent l'essentiel de l'altération et de la décomposition des lignines. En effet, les concentrations sont de l'ordre de 42–44 ‰ du COT dans la couche OF et 23–25 ‰ dans la couche OH.

L'altération de la lignine se manifeste par la diminution des rapports des composés de l'unité syringique sur ceux de l'unité

vanillique (S/V) et l'augmentation du rapport de l'acide sur l'aldéhyde vanillique (aci/ald V) ou syringique (aci/ald S). Ces critères ont été interprétés comme des marqueurs d'altération de la lignine [15, 21] : le premier rapport met en évidence la perte sélective des groupements méthoxyles (–OCH₃), le second la dépolymérisation et la dégradation croissantes des lignines.

Les rapports S/V du tableau VI montrent que la valeur maximale, celle des couches OL précisément, est inférieure à 1 ce qui correspond à une prépondérance relative des composés vanilliques. La décomposition de la lignine vers la profondeur

est perceptible grâce à la décroissance de ce rapport S/V qui chute fortement dans les couches holorganiques et plus faiblement dans les horizons organo-minéraux où la quantité de lignine est faible, et malgré cela, les coefficients de variation sont peu élevés. Le tableau VI montre que le rapport des unités phénoliques C/V varie très peu entre les divers horizons. Il révèle des valeurs légèrement plus élevées en FOU 1 que dans les autres parcelles, en raison de la plus forte diversité de la flore de la strate herbacée. Celle-ci est susceptible, notamment par les graminées et les cypéracées, d'introduire dans le sol une plus forte proportion d'acides cinnamiques que les tissus du hêtre. La présence ou l'absence des plantes de ces familles dans les différentes placettes peut rendre compte des coefficients de variation élevés.

Les rapports aci/aldV augmentent avec la profondeur indiquant que la décomposition de la lignine s'accompagne d'une oxydation de la chaîne propane [8, 9, 24]. Selon certains chercheurs [14, 22] cette décomposition s'effectue de préférence par l'attaque des liaisons éther (liaison entre les carbones α et β de la chaîne propane et les groupements OH des phénols voisins) et/ou des liaisons carbone-carbone qui sont néanmoins plus résistantes aux attaques hydrolytiques que les liaisons α ou β -OH.

L'évolution des teneurs en lignine en fonction de l'âge des peuplements s'avère difficile à interpréter. On observe toutefois (Tab. VI) que depuis le stade de 87 ans (Fougères 3) jusqu'à celui de 145 ans (Fougères 4) tous les horizons homologues présentent des teneurs en lignine qui ne sont pas significativement différentes. Cela suggère que dans les sols à humus de type moder des peuplements âgés de la chronoséquence, il existe une dynamique comparable des processus de transformation et humification des restitutions végétales.

3.4. Les polysaccharides

3.4.1. Causes de la variabilité

Quel que soit l'âge de la parcelle, les couches organiques OL, OF et OH présentent une teneur importante en sucre total avec une prédominance des sucres hémicellulosiques sur ceux de la cellulose. Les sucres totaux deviennent moins abondants dans l'horizon organo-minéral. La variabilité est plus importante dans les placettes à mull de FOU 1 que dans les placettes à moder, sans doute en raison de la diversité floristique. Par exemple, la forte dispersion des six valeurs de la couche OL de Fougères 1, correspondant au fort écart-type (cf. Tab. VII) s'explique par l'influence de la flore diversifiée de la strate herbacée. Dans cette parcelle les sucres totaux vont de 353,5 mg·g⁻¹ de sol en FOU 1E où domine la fougère aigle à 85,6 mg/g de sol en FOU 1F à graminées et ronce (cf. Tab. I).

Les monosaccharides hémicellulosiques résultant de l'hydrolyse douce présentent une forte diminution de leur teneur en fonction de la profondeur (Tab. VII). Quelle que soit la parcelle, cette décroissance se ralentit à partir de l'horizon A11 où la teneur en sucres hémicellulosiques est faible mais reste toutefois bien supérieure à celles des horizons sous-jacents A12 et A13.

Les monosaccharides dominants sont le glucose, le xylose, l'arabinose, le galactose alors que le mannose et le rhamnose

sont moins importants, le fucose et le ribose sont peu présents. Les quatre sucres dominants suggèrent la coexistence des hémicelluloses et de la cellulose qui pourrait avoir été en partie extraite lors de l'hydrolyse douce, surtout si elle a perdu sa cristallinité.

Les sucres cellulosiques (Tab. VII) sont présents, dans les couches organiques OL, OF et OH, représentés principalement par le glucose et par quelques pour mille de xylose et de mannose. La cellulose s'altère totalement dans ces couches organiques puisque l'on n'en perçoit que des traces dans les horizons organo-minéraux A11 et A12.

Comme nous l'avons précisé précédemment, la strate herbacée joue un rôle notable dans les teneurs en sucres totaux comme par exemple dans la placette FOU 1E sous les fougères où ils représentent 353,5 mg·g⁻¹ de sol alors que la moyenne des cinq autres placettes de FOU 1 donne 132,8 \pm 47,5 mg·g⁻¹ de sol. La majeure partie de ces sucres surabondants est hémicellulosique. Dans les fougères, par exemple, les gluco-mannanes seraient fréquemment rencontrés [11]. Il en va de même dans la placette FOU 4D sous la graminée *Deschampsia flexuosa* (cf. Tab. I) où les sucres totaux représentent 173,7 mg·g⁻¹ de sol alors que la moyenne des quatre autres placettes de Fougères 4 donne 122,6 \pm 15,7 mg·g⁻¹ de sol. Ici, cette surabondance concerne les sucres cellulosiques et hémicellulosiques.

Au total, le carbone de l'ensemble des monosaccharides représente une fraction variable du COT des horizons (Tab. VII). La concentration maximale est observée dans la couche OL de FOU 1 où le carbone des sucres équivaut à 237 % du COT. Dans les autres parcelles les concentrations sont moindres : 125, 117 et 130 % du COT en FOU 2, 3 et 4 respectivement. L'horizon A11 composante du mull de FOU 1 avec la couche OL, présente une concentration du carbone des sucres égale à 106 % du COT. Il est remarquable d'observer que cette valeur est du même ordre de grandeur que celle que prendrait la moyenne des teneurs dans les couches OF et OH des autres parcelles : 107, 92 et 98 % du COT en FOU 2, 3 et 4 respectivement. On peut penser que cet horizon A11 du mull sous le fourré (FOU 1) dispose d'une activité biologique cellulolytique comparable à celle que présentent les couches OF et OH des moders.

3.4.2. Distinction entre polysaccharides structuraux et microbiens : les monomères marqueurs

Les études sur la dynamique du carbone des sols se sont très tôt focalisées sur l'interprétation des concentrations des divers monosaccharides du sol. Leurs variations relatives semblaient suivre et tracer l'évolution des sucres structuraux constituant les hémicelluloses et la cellulose d'une part et les sucres microbiens d'autre part [5]. Un grand nombre de chercheurs [10, 28, 34, 35] préconisent l'examen du rapport xylose/mannose. Le xylose est le traceur des polysaccharides structuraux d'origine végétale alors que le mannose est considéré comme le marqueur des excréments polysaccharidiques microbiennes.

Les résultats présentés sur le tableau VII montrent une diminution de ce rapport en fonction de la profondeur, indiquant la forte teneur en xylose dans la couche OL qui devient égale à celle du mannose dans la couche OF. À partir de la couche OH le mannose prédomine. On peut penser que dans la couche OF

Tableau VII. Teneur moyenne des sucres hémicellulosiques et celluloses des horizons des sols des cinq placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ de sol) et concentration du carbone des sucres normalisée au COT ($\text{mgC}\cdot\text{sucres}\cdot\text{g}^{-1}$ COT). Valeur moyenne du rapport xylose/mannose.

	Horizon	Carbone organique total mg·g ⁻¹	Sucres hémicellulosiques									Sucres cellulosiques			Sucres totaux		Xylose / mannose
			Ara.	Fuc.	Man.	Rib.	Rha.	Xyl.	Gal.	Glu.	Total	Glu.	Man.	Xyl.	mg·g ⁻¹ mgC·g ⁻¹ COT		
			mg·g ⁻¹									mg·g ⁻¹					
Fougères 1	OL	290	11,2	2,9	17,7	0,9	4,1	36,1	13,9	59,2	146,0	23,6	1,0	1,0	171,6	236,7 ± 139	2,0
	A11	108	2,3	1,1	4,3	0,2	1,6	4,4	4,4	10,1	28,4	0,2	0,0	0,0	28,6	105,9 ± 69	1,0
	A12	62	0,7	0,5	1,6	0,1	0,6	1,4	1,4	4,6	10,9	0,2	0,0	0,0	11,1	71,6 ± 63	0,9
	A13	27	0,3	0,2	0,8	0,0	0,2	0,4	0,4	1,8	4,1	0,0	0,0	0,0	4,1	60,7 ± 32	0,5
Fougères 2	OL	365	11,8	3,9	12,0	1,1	6,2	25,8	15,7	27,3	103,8	9,5	0,5	0,6	114,4	125,4 ± 22	2,1
	OF	358	8,6	3,7	15,1	0,8	5,0	14,7	14,6	36,7	99,2	5,7	0,3	0,7	105,9	118,3 ± 8	1,0
	OH	250	3,4	1,7	9,3	0,3	2,8	5,2	7,9	20,9	51,5	3,2	0,2	0,1	55,0	88,0 ± 15	0,6
	A11	112	1,3	0,8	4,2	0,2	1,3	1,9	3,1	9,8	22,6	0,4	0,0	0,0	23,0	82,1 ± 20	0,5
	A12	55	0,5	0,3	2,1	0,1	0,4	0,8	0,9	3,4	8,5	0,1	0,0	0,0	8,6	62,5 ± 7	0,4
	A13	45	0,2	0,1	1,8	0,0	0,2	0,4	0,4	1,3	4,4	0,2	0,0	0,0	4,6	40,9 ± 35	0,2
Fougères 3	OL	420	13,0	3,7	11,4	0,7	7,5	27,1	19,3	27,2	109,9	12,2	0,4	0,5	123,0	117,1 ± 8	2,3
	OF	397	9,1	3,3	12,6	0,6	6,0	12,6	17,2	29,4	90,8	2,0	0,5	0,1	93,4	94,1 ± 15	1,0
	OH	291	4,3	2,0	9,7	0,4	3,7	5,1	10,8	29,7	65,7	0,5	0,0	0,0	66,2	91,0 ± 25	0,5
	A11	80	0,9	0,5	2,2	0,1	0,7	1,4	1,8	8,5	16,1	0,2	0,0	0,0	16,3	81,5 ± 49	0,6
	A12	43	0,3	0,2	0,8	0,0	0,3	0,5	0,5	2,9	5,5	0,0	0,0	0,0	5,5	51,2 ± 14	0,6
Fougères 4	OL	413	12,7	4,4	13,1	1,1	6,5	29,2	21,1	24,9	113,0	19,8	0,7	0,9	134,4	130,2 ± 26	2,2
	OF	387	8,7	3,7	14,1	0,9	5,2	14,1	15,5	28,0	90,2	9,2	0,1	0,3	99,8	103,2 ± 32	1,0
	OH	240	3,7	2,0	8,8	0,5	2,7	5,3	7,7	20,5	51,2	2,6	0,1	0,0	53,9	89,8 ± 32	0,6
	A11	73	0,6	0,4	1,8	0,1	0,6	0,9	1,1	5,5	11,0	0,3	0,0	0,0	11,3	61,9 ± 37	0,5
	A12	39	0,2	0,2	0,7	0,0	0,2	0,4	0,3	1,8	3,8	0,2	0,0	0,0	4,0	41,0 ± 25	0,6

Ara. = arabinose ; Fuc. = fucose ; Man. = mannose ; Rib. = ribose ; Rha. = rhamnose ; Xyl. = xylose ; Gal. = galactose ; Glu. = glucose.

s'effectue l'inversion entre les polysaccharides structuraux en voie de dégradation, et prédominant dans la couche OL, et les polysaccharides microbiens qui s'affirment dans la couche OH et mieux encore dans les horizons organo-minéraux immédiatement sous-jacents.

3.4.3. Évolution des polysaccharides structuraux et microbiens de la litière aux horizons organo-minéraux

L'évaluation des teneurs moyennes en cellulose, hémicelluloses et polysaccharides microbiens est présentée sur le tableau VIII qui montre que la cellulose, les hémicelluloses et les polysaccharides microbiens suivent une même évolution caractérisée par une diminution de leur teneur depuis les couches OL et OF jusqu'aux horizons organo-minéraux A11, A12 et même A13 présent dans les placettes à mull. Dans le peuplement jeune (FOU 1) à mull, la chute des polysaccharides structuraux est

immédiate sous la litière dès l'horizon A11 où la phase polysaccharidique dominante est celle des sucres microbiens. Dans le gaulis de FOU 2, l'évolution ressemble à celle de FOU 1 mais parfois il existe une couche OH, relais discontinu entre la litière et l'horizon A11, où se développent les sucres microbiens aux dépens des polysaccharides structuraux.

Cette dynamique de substitution des phases structurales par les phases microbiennes est bien illustrée dans les vieilles futaies âgées (FOU 3) et (FOU 4) qui montrent des tendances identiques. Les sucres microbiens seraient présents même dans les couches OL avec des concentrations de l'ordre de 40 à 45 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ de sol mais sont toutefois dominés par les hémicelluloses qui représentent entre 65 et 70 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ de sol. À partir de la couche OF les sucres microbiens constituent la phase dominante, atteignant des valeurs de 50 à 60 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ de sol. Dans la couche OH et plus encore dans les horizons organo-minéraux A11 et A12, la prépondérance des polysaccharides microbiens s'affirme.

Tableau VIII. Valeur moyenne (mg·g⁻¹ du sol) et coefficient de variation (CV en %) de la cellulose, des hémicelluloses et des sucres microbiens des horizons des sols des cinq placettes de chacune des quatre parcelles de la chronoséquence.

	Horizon	Cellulose		Hémicelluloses mg·g ⁻¹		Sucres microbiens	
		Moyenne	CV (%)	Moyenne	CV (%)	Moyenne	CV (%)
Fougères 1	OL	25,6	44	77,0	16	69,0	22
	A11	0,2	116	11,5	107	16,9	37
	A12	0,2	153	2,8	72	8,1	88
	A13	< 0,1		1,1	33	3,0	60
Fougères 2	OL-OF	9,1	79	58,5	39	42,6	41
	OH	3,5	52	13,7	11	37,8	30
	A11	0,4	131	5,9	34	16,7	21
	A12	0,1	160	3,5	27	5,0	22
	A13	0,2	170	2,6	93	1,8	77
Fougères 3	OL	13,1	28	70,9	17	39,0	26
	OF	2,6	135	29,8	21	61,0	14
	OH	0,5	200	13,4	23	52,3	25
	A11	0,2	142	3,8	52	12,3	64
	A12	< 0,1		1,3	28	4,2	28
Fougères 4	OL	21,4	65	66,8	28	46,2	31
	OF	9,6	68	37,0	53	53,2	20
	OH	2,7	73	13,8	55	37,4	26
	A11	0,3	124	2,5	41	8,5	70
	A12	0,2	120	2,6	58	1,2	92

4. DISCUSSION

Cette étude faite sur les sols de la forêt de Fougères se focalise sur une faible épaisseur de sol évaluée entre 3 à 5 cm dans les couches d'humus (OL, OF et OH) et à une dizaine de centimètres dans l'horizon organo-minéral A1 fractionné en deux ou trois sous-horizons. La tranche de sol prise en compte est donc faible.

La variabilité des constituants pédologiques organiques est relativement faible dans l'ensemble, du fait du choix de peuplements soumis à des conditions climatiques et géo-pédologiques identiques, et à une histoire comparable de l'occupation des sols ainsi qu'à des traitements sylvicoles semblables. La variabilité du carbone organique total ainsi que celle des lignines et des polysaccharides est évidemment très importante en fonction de la profondeur. La diminution de la teneur en matière organique avec la profondeur est naturellement associée à la dégradation des tissus végétaux et à l'humification. Elle paraît intimement liée à la densité de la distribution des mésofaunes et des microflore qui recherchent, dans les horizons de surface, les sources de carbone et d'énergie que procurent les restitutions végétales aériennes et en partie racinaires.

En revanche, si l'on compare les horizons morphologiquement semblables des humus de type moder (couches OL et OF notamment, OH secondairement), la transformation de la matière organique génère une variabilité très faible (< 20 %) des teneurs en carbone organique mais aussi des teneurs en bio-

polymères structuraux tels que les lignines ou énergétiques comme les polysaccharides. On pense que ceci est la résultante d'un équilibre dans le développement d'une activité microbologique et de celle de la mésofaune en réponse aux restitutions annuelles qui diffèrent peu du gaulis à la futaie. À l'échelle de chaque type de peuplement forestier, il semble que la variabilité horizontale, modérée en OF et OH mais assez ample dans les horizons organo-minéraux, soit d'origine diverse. Elle est fonction de l'échelle considérée. À l'échelle de la forêt, elle est liée à la distribution spatiale de l'âge des peuplements, mais elle tient également compte de la distribution des arbres et des végétaux de la strate herbacée à l'échelle parcellaire. En effet, les jeunes placettes âgées de 10 ans possèdent un humus de type mull dont la teneur des constituants organiques varie fortement, alors que les vieilles parcelles, futaies âgées de 87 et 145 ans, possèdent un humus homogène de type moder.

Le carbone des monomères phénoliques constituant les lignines ne représente qu'une faible part du carbone organique total des horizons. Les valeurs sont maximales dans les couches OL (5,5 % du COT en FOU 3), puis s'atténuent sensiblement en OF (4,3 % environ), et ne représentent que 1 % environ du carbone organique total dans les horizons A1. Ces faibles contributions comparées aux données obtenues par d'autres méthodes, telles l'analyse de la lignine « Klason », recoupent celles déjà notées ailleurs [12, 21]. On donne à cela deux explications : (1) la méthode d'extraction des monomères phénoliques par CuO peut s'effectuer avec un rendement variable qui

dépend des conditions expérimentales pratiquées au laboratoire, et (2) la lignine « Klason » qui est assimilée au résidu d'extraction par l'eau, solvant organique et hydrolyse sulfurique, prend vraisemblablement en compte des substances autres que les constituants de la lignine [21].

La distribution des monomères phénoliques dans les profils de sol met en évidence les effets de la dégradation des tissus et la dépolymérisation des lignines qui se produit au cours des processus de minéralisation et d'humification. Trois critères témoignent de cette dégradation et de la disparition progressive des lignines dans les sols : (1) la chute des teneurs en monomères constitutifs des lignines, (2) la décroissance du rapport des composés syringiques sur les composés vanilliques et (3) l'augmentation du rapport des acides sur les aldéhydes. L'activité des champignons de la pourriture blanche en est probablement la cause [3, 15].

Lors de la dégradation des lignines, les composés syringiques dont les feuilles et le bois de hêtre sont bien pourvus s'effacent progressivement devant les composés vanilliques. L'altération sélective des composés syringiques a été discutée par Hedges et al. [15] qui montrent que par déméthoxylation partielle, ces composés s'ajoutent aux composés vanilliques initiaux. L'appauvrissement en monomères syringiques, et en contre partie, l'enrichissement probable et relatif en vanilliques, montre que les mécanismes de la dégradation conduisent à une simplification des molécules phénoliques issues de la lignine. Cette simplification s'accompagne d'une acidification des résidus monomériques comme le révèle le rapport des acides sur les aldéhydes. Ce rapport acide/aldéhyde rend compte de la dépolymérisation de la lignine par la rupture préférentielle de la liaison éther établie entre O-phénoliques et le carbone de la chaîne propane. Il s'ensuit une dégradation oxydative de la chaîne et l'apparition d'une acidité carboxylique sur le cycle aromatique [22, 36]. Dans les sols, ce mécanisme ouvre la voie de la réactivité et de la mobilité des fractions acides mais aussi celle de leur dégradation totale [1].

Les couches OL étudiées correspondent à des litières forestières vieilles d'un an. Depuis leur dépôt sur le sol, elles se sont appauvries des sels hydrosolubles et les glucides les plus labiles, tels que les sucres des réserves et l'amidon ont disparu par assimilation biologique et minéralisation. Dans ces litières, les polysaccharides structuraux tels que la cellulose et les hémicelluloses qui se localisent dans les parois des cellules végétales constituent une fraction polysaccharidique plus abondante que la fraction d'origine microbienne. Les hémicelluloses caractérisées par leur abondance en xylose y sont plus massivement représentées que la cellulose.

Suite à l'altération et à la fragmentation des litières, la phase des polysaccharides microbiens devient dominante dans les couches OF. C'est alors que le mannose considéré comme polysaccharide extracellulaire produit par les bactéries [10, 29, 30, 34], et secondairement le galactose s'affirment comme les traceurs des activités microbiennes qui conduisent à la décomposition des hémicelluloses et de la cellulose.

Dans les couches OH des humus de type moder, la cellulose a presque totalement disparu. Les seules phases polysaccharidiques existantes sont des hémicelluloses dominées par le xylose, le glucose et le galactose. À ces composés hérités viennent s'ajouter des polysaccharides microbiens amplement pré-

pondérants. L'altération des hémicelluloses commencée au niveau de OL se poursuit dans cette couche. Concernant les moders des anciennes futaies (FOU 3 et FOU 4), il ne reste dans la couche OH, à base de l'humus, que 20 % environ des hémicelluloses initialement présentes dans la couche OL.

La dégradation des hémicelluloses se poursuit encore dans les horizons organo-minéraux A1, où des différences de teneur apparaissent bien marquées entre les humus de type mull et moder. Dans l'horizon A1 du mull, en FOU 1, il resterait 20 % des hémicelluloses initiales, mais seulement de 3 à 5 % dans l'horizon A1 sous l'humus des anciennes futaies à moder de FOU 4 et FOU 3 respectivement. Une protection physique exercée dans le mull par les argiles pourrait rendre compte de la moindre biodégradation de ces polysaccharides. Dans ces horizons organo-minéraux, les quantités de polysaccharides microbiens sont de 2 à 4 fois supérieures à celles attribuées aux hémicelluloses. Cette phase de polysaccharides microbiens joue un rôle primordial dans l'agrégation et dans la nutrition des organismes du sol et par voie de conséquence, intervient sur l'évolution et la fertilité du sol.

5. CONCLUSION

Bien que la lignine ne constitue pas une source du carbone ou d'énergie pour les micro-organismes bactériens, elle subit une transformation donnant naissance à des monomères phénoliques, qui peuvent être biodégradés ou participer aux processus d'humification. En effet, les composés polyphénoliques sont susceptibles de s'autocondenser et de se lier avec des substances azotées pour donner naissance aux macromolécules dites préhumiques [1, 33]. Ces associations complexes sont peu mobiles et par conséquent s'accumulent principalement au sommet des horizons organo-minéraux, comme sur le site de Fougères, parfois plus profondément s'ils sont relativement mobiles, lors d'événements podzolants.

Les polysaccharides structuraux (cellulose et hémicelluloses) des tissus ligno-cellulosiques des végétaux subissent une dégradation en fonction de la profondeur. Mais en même temps on assiste à la néosynthèse d'une nouvelle phase de polysaccharides microbiens dominés dans les hêtraies par le glucose, le mannose et le galactose. Tous ces polysaccharides qui sont labiles et solubles dans la couche superficielle disparaissent en grande partie dans les horizons plus profonds organo-minéraux.

Le fonctionnement biodynamique des humus de la chronoséquence révèle des étapes biochimiques qui mènent à la formation d'humus acides de type moder en partant d'un humus de type mull qui s'élabore rapidement et persiste plus d'une trentaine d'années. Sous le gaulis de 27 ans, s'établit une mosaïque faite de mull et de moder dont la distribution spatiale semble dépendre de la variabilité et de la diversité spatiales de l'activité de la mésafaune. Les futaies âgées de 87 et 145 ans offrent un humus de type moder et parfois dysmoder, apparemment plus stable et c'est sous cette forme que l'écosystème stocke une importante quantité de carbone organique.

Remerciements : Nous remercions les responsables du programme ECOFOR (CNRS, INRA, ONF, MNHN et ENGREF) qui ont contribué au financement de ce travail ainsi que Claude Nys responsable du site-atelier de Fougères, qui a mis à notre disposition les moyens

matériels que ce site-atelier comporte. Nous remercions vivement B. Jabiol, F. Forgeard et M. Lebreton qui ont consenti à ce que nous leur empruntions des données et nous adressons nos vifs remerciements à F. Toutain et J.-F. Ponge pour les discussions que nous avons eues durant cette recherche et à D. Keravis pour son assistance technique.

RÉFÉRENCES

- [1] Andreux F., Munier-Lamy C., Genèse et propriétés des molécules humiques, in: Bonneau M., Souchier B. (Eds.), *Pédologie. 2. Constituants et Propriétés du sol*, Masson Publication, Paris, 1994, pp. 109–142.
- [2] Bernier N., Ponge J.F., Humus form dynamics during the sylvogenic cycle in a mountain spruce forest, *Soil Biol. Biochem.* 26 (1994) 183–220.
- [3] Berthelin J., Leyval C., Toutain F., Biologie des sols. Rôle des microorganismes dans l'altération et l'humification, in: Bonneau M., Souchier B. (Eds.), *Pédologie. 2. Constituants et Propriétés du sol*, Masson Publication, Paris, 1994, pp. 143–237.
- [4] Bourdon S., Laggoun-Défarge F., Disnar J.-R., Maman O., Guillet B., Derenne S., Largeau C., Organic matter sources and early diagenetic degradation in a tropical peaty marsh (Tritrivakely, Madagascar). Implications for environmental reconstruction during the Sub-Atlantic, *Org. Geochem.* 31 (2000) 421–438.
- [5] Cheshire M.V., Nature and Origin of Carbohydrates in soils, Academic Press, London, 1979.
- [6] Cheshire M.V., Mundie C.M., Shephard H., The origin of soil polysaccharide: Transformation of sugars during the decomposition in soil of plant material labelled with ^{14}C , *J. Soil Sci.* 24 (1973) 54–68.
- [7] Disnar J.-R., Guillet B., Keravis D., Di-Giovanni C., Sebag D., Soil organic matter (SOM) characterization by Rock-Eval pyrolysis: scope and limitations, *Org. Geochem.* 34 (2003) 327–343.
- [8] Ertel J.R., Hedges J.I., The lignin component of humic substances : Distribution among soil and sedimentary humic, fulvic and base-insoluble fraction, *Geochim. Cosmochim. Acta* 48 (1984) 2065–2074.
- [9] Ertel J.R., Hedges J.I., Sources of sedimentary humic substances: vascular plant debris, *Geochim. Cosmochim. Acta* 49 (1985) 2097–2107.
- [10] Feller C., François C., Villemain G., Portal J.M., Toutain F., Morel J.L., Nature des matières organiques associées aux fractions argileuses d'un sol ferrallitique, *C.R. Acad. Sci. Paris, t. 312, Série II* (1991) 1491–1497.
- [11] Goodwin T.W., Mercer E.I., Introduction to plant biochemistry, Pergamon Press, Oxford, 1983.
- [12] Guggenberger G., Christensen B.T., Zech W., Land-use effects on the composition of organic matter in particle-size separates of soil. I. Lignin and carbohydrate signature, *Eur. J. Soil Sci.* 45 (1994) 449–458.
- [13] Guillet B., Disnar J.-R., Lottier N., Karroum M., Keravis D., Évolution des constituants organiques majeurs, polysaccharides et lignine, dans les humus et horizons A1 des sols des hêtraies de la Forêt de Fougères (I & V), Rapport final de la Convention de Recherche ECOFOR n° 97, 2000.
- [14] Haider K., Kern H.W., Ernst L., Intermediated steps of microbial lignin degradation as elucidated by ^{13}C NMR spectroscopy of specifically ^{13}C enriched DHP-lignins, *Holzforschung* 39 (1985) 23–32.
- [15] Hedges J.I., Blanchette A., Weliky K., Devol A.H., Effects of fungal degradation on the CuO oxidation of lignin: A controlled laboratory study, *Geochim. Cosmochim. Acta* 52 (1988) 2717–2726.
- [16] Hedges J.I., Ertel J.R., Characterization of lignin by Gas Capillary Chromatography of cupric oxide oxidation products, *Anal. chem.* 54 (1982) 174–178.
- [17] Hedges J.I., Parker P.L., Land-derived organic matter in surface sediments from the Gulf of Mexico, *Geochim. Cosmochim. Acta* 40 (1976) 1019–1029.
- [18] Jabiol B., Évolution de la diversité et du fonctionnement des humus au cours d'une révolution forestière en futaie régulière de hêtres. Site-atelier de la forêt de Fougères (I et V), Rapport de synthèse de la Convention de Recherche ECOFOR n° 97, 2000.
- [19] Jabiol B., Brêthes A., Ponge J.-F., Toutain F., Brun J.-J., L'humus sous toutes ses formes, ENGREF-Nancy, 1995.
- [20] Karroum M., Devenir des biopolymères (lignine et polysaccharides) et constitution d'humus (mull/moder) dans une chronoséquence de hêtre (*Fagus sylvatica*), en forêt de Fougères (France), Thèse Université d'Orléans, 2002.
- [21] Kögel-Knabner I., Estimation and decomposition pattern of the lignin component in forest humus layer, *Soil Biol. Biochem.* 18 (1986) 589–594.
- [22] Kögel-Knabner I., Biodegradation and humification processes in forest soils, in: Bollag J.M., Stotsky G. (Eds.), *Soil Biochemistry*, Vol. 8, Marcel Dekker, New York, 1993, pp. 101–135.
- [23] Kögel-Knabner I., Analytical approaches for characterizing soil organic matter, *Org. Geochem.* 31 (2000) 609–625.
- [24] Kögel-Knabner I., Hempfing R., Zech W., Hatcher P.G., Schulten H.R., Chemical composition of the organic matter in forest soils. 2. Forest litter, *Soil Sci.* 146 (1988) 124–136.
- [25] Lebreton M., Nys C., Forgeard F., Litter production in an Atlantic beech (*Fagus sylvatica* L.) time sequence, *Ann. For. Sci.* 58 (2001) 755–768.
- [26] Maman O., Marseille F., Guillet B., Disnar J.-R., Morin Ph., Separation of phenolic aldehydes, ketones and acids from lignin degradation by Capillary Zone Electrophoresis, *J. Chromatogr. A* 755 (1996) 89–97.
- [27] Martens D.A., Loeffelmann K.L., Improved accounting of carbohydrate carbon from plants and soils, *Soil Biol. Biochem.* 34 (2002) 1393–1399.
- [28] Murayama S., Changes in the monosaccharide composition during the decomposition of straws under field conditions, *Soil Sci. Plant Nutr.* 30 (1984) 367–381.
- [29] Oades J.M., Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management, *Plant Soil* 76 (1984) 319–337.
- [30] Paul E.A., Clark F.E., Soil microbiology and biochemistry, Academic press Inc., Harcourt Brace Jovanovich Publishers, London, 1989.
- [31] Ponge J.F., Delhay L., The heterogeneity of humus profiles and earthworm communities in a virgin beech forest, *Biol. Fertil. Soils* 20 (1995) 24–32.
- [32] Ranger J., Badeau V., Dambrine E., Dupouey J.-L., Nys C., Party J.-P., Turpault M.-P., Ulrich E., Évolution constatée des sols forestiers au cours des dernières décennies, *Rev. For. Fr. numéro spécial*, 2000, pp. 49–70.
- [33] Stevenson F.J., Humus chemistry. Genesis, composition, réactions, A Wiley-Interscience publication, John Wiley & Sons, New York, Chichester, 1982.
- [34] Trouvé C., Disnar J.-R., Mariotti A., Guillet B., Changes in the amount and distribution of neutral monosaccharides of savanna soils after plantation of *Pinus* and *Eucalyptus* in the Congo, *Eur. J. Soil Sci.* 47 (1996) 51–59.
- [35] Turchenek L.W., Oades J.M., Fractionation of organo-mineral complexes by sedimentation and density techniques, *Geoderma* 21 (1979) 311–343.
- [36] Zech W., Kögel-Knabner I., Patterns and regulation of organic matter transformation in soils: litter decomposition and humification, in: Schulze E.D. (Ed.), *Flux control in biological systems*, Academic Press, San Diego, 1994, pp. 303–334.
- [37] Zech W., Hempfing R., Haumaier L., Schulten H.-R., Haider K., Humification in subalpine Rendzinas: chemical analyses, IR and ^{13}C NMR spectroscopy and pyrolysis-field ionization mass spectrometry, *Geoderma* 47 (1990) 123–138.